

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-367536

(43)Date of publication of application : 18.12.1992

(51)Int.Cl.

C03B 20/00
C03B 37/018
C03C 3/06
G02B 6/00

(21)Application number : 03-166402

(71)Applicant : FUJIKURA LTD

(22)Date of filing : 11.06.1991

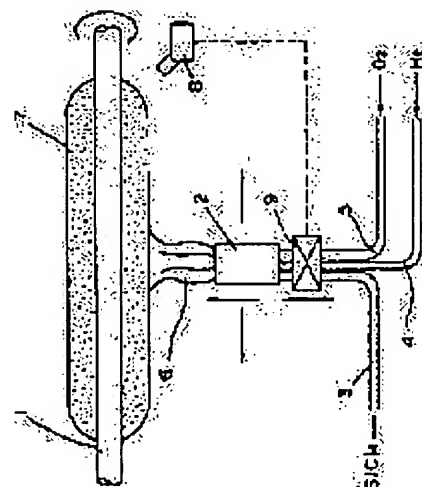
(72)Inventor : TANAKA TAICHIRO
WADA AKIRA
SAKAI TETSUYA
NOZAWA TETSUO

(54) PRODUCTION OF RARE EARTH ELEMENTS-CONTAINING QUARTZ

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a rare earth element-containing quartz such as quartz rod uniformly containing a rare earth element in the radius direction.

CONSTITUTION: In production of a rare earth element-containing quartz by depositing glass fine particles to prepare a soot material 7, impregnating the soot material with a solution of a rare earth element, drying and vitrifying so as to add the rare earth element to quartz, as the surface temperature of the outer peripheral face of the soot material 7 deposited on a cylindrical starting parent material 1 by OVD method is made constant, soot is give the soot material 7 having 0.3-0.7 average bulk density and $\pm 0.5\%$ change in bulk density in the radius direction.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-367536

(43) 公開日 平成4年(1992)12月18日

| (51) Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|---------|---------|-----|--------|
| C 0 3 B 20/00 | | 6971-4G | | |
| 37/018 | C | 8821-4G | | |
| C 0 3 C 3/06 | | 6971-4G | | |
| G 0 2 B 6/00 | 3 5 6 A | 7036-2K | | |

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-166402

(22) 出願日 平成3年(1991)6月11日

(71) 出願人 000005186

藤倉電線株式会社

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72) 発明者 田中 大一郎

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(72) 発明者 和田 朗

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(72) 発明者 酒井 哲弥

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(74) 代理人 弁理士 志賀 正武 (外2名)

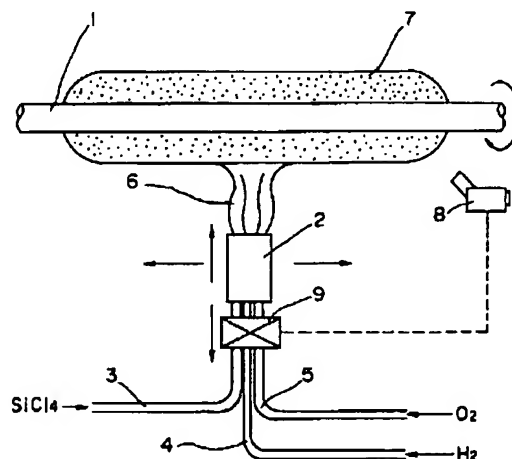
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類添加石英の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 希土類元素を半径方向に均一に添加した石英ロッドなどの希土類添加石英の製造方法を提供することにある。

【構成】 ガラス微粒子を堆積させてなるスート体7に、希土類元素溶液を含浸せしめたのち、これを乾燥させ、ガラス化して、希土類元素が石英に添加された希土類元素添加石英を得る製法において、OVD法により棒状の出発母材1に堆積されるスート体7の外周面の表面温度を一定にしつつ、スートを堆積させて、平均嵩密度が0.3～0.7g/cm³で、半径方向の嵩密度変化が±0.5%以内であるスート体7を得る。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス微粒子を堆積させてなるスート体に、希土類元素溶液を含浸せしめたのち、これを乾燥させ、ガラス化して、希土類元素が石英に添加された希土類元素添加石英を得る製法において、OVD法により棒状の出発母材に堆積されるスート体の外周面の表面温度を一定にしつつ、スートを堆積させてスート体を得ることを特徴とする希土類添加石英の製造方法。

【請求項2】 スート体の平均嵩密度が $0.3 \sim 0.7 \text{ g/cm}^3$ で、半径方向の嵩密度変化が $\pm 0.5\%$ 以内である請求項1記載の希土類添加石英の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、希土類元素を半径方向に均一に添加した石英ロッドなどの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来の希土類添加石英の製法としては、VAD法、OVD法等の方法によって棒状の出発母材にガラス微粒子からなるスートを堆積させてスート体を作製し、ついで、このスート体を塩化エルビウムなどの希土類金属塩化物アルコール溶液に浸漬して、スート体のガラス微粒子間に存在する空隙に希土類元素溶液を含浸させたのち、これを乾燥させ、こののちこれを加熱して透明ガラス化し、希土類添加石英ロッドとするものが採用されている。しかしながら、VAD法などの方法で、得られるスート体はその中心部分と表面部分との嵩密度に大きな差が生じる。通常VAD法で得られたスート体には、その中心部分の嵩密度が高く、 0.6 g/cm^3 程度であり、表面部分のそれが低い 0.25 g/cm^3 程度となる傾向があるので、これを希土類金属塩化物アルコール溶液に浸漬する際、スート体のガラス微粒子間に存在する空隙に希土類元素溶液が均等に含浸されないため、これにより希土類元素の添加量が中心部分と表面部分で異なる希土類添加石英となり、希土類元素を半径方向均一に添加した石英ロッドの製造は困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】よって、この発明における課題は、希土類元素を半径方向に均一に添加した石英ロッドなどを得ることができる製造方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】かかる課題は、OVD法により棒状の出発母材に堆積されるスート体の外周面の表面温度を一定にしつつ、スートを堆積させてスート体を得ること、特に、平均嵩密度が $0.3 \sim 0.7 \text{ g/cm}^3$ で、半径方向の嵩密度変化が $\pm 0.5\%$ 以内であるスート体を得ることで解決される。

【0005】以下、この発明を図面にに基づき詳しく説明する。図1はOVD法によってスート体を作製する装置

2

の一例を示した概略構成図である。図中符号1は石英製などの棒状の出発母材で、図示しないガラス旋盤に回転自在に取り付けられている。バーナー2は出発母材1の下方に設置され、出発母材1の軸方向にトラバースできるようにになっているとともに、鉛直方向に出発母材1から後退できるようにになっている。このバーナー2は供給管3より四塩化珪素などの原料ガスが、供給管4、5より水素、酸素が供給され、火炎6内でスートが生成され、これが出発母材1の外周面に堆積するようになっている。また、出発母材1上にスートが堆積して形成されるスート体7の表面温度を測定する赤外線温度計8が設けられ、この温度計8からの温度信号が流量調節器9に送られるように構成されている。流量調節器9は、上記温度信号に基づいてバーナー2に送給する水素および酸素の流量を調節するためのものである。

【0006】図1に示した装置を用いてスート体7を作製するには、まず、出発母材1を用意し、これを回転させながら、バーナー2に供給管4、5より水素、酸素を供給して火炎6を形成し、ここに供給管3より原料ガスを供給すると、スートが生成し、そしてバーナー2を出発母材1の軸方向にトラバースさせて、出発母材1の外周面にスートが堆積し、バーナー2のトラバースごとにスートが堆積して、スート体7が得られる。この際、スートが出発母材1の上に堆積するにつれて、スート体7の外径が大きくなり、出発母材1とバーナー2先端との距離が短くなるため、スート体7の成長度合に応じてバーナー2を出発母材1に対して、鉛直方向に後退させる。

【0007】また、スート体7の外径が大きくなると、スート体7の表面積および体積が増えるので、バーナー2の火炎3の大きさおよび熱容量が同じ状態のままであると、スート体7のバーナー2の火炎6に接触する部分が少なくなるとともに、単位体積あたりの熱容量が低下し、その表面温度が低下する。この温度低下は赤外線温度計8で検知され、この信号に基づいて流量調節器9を制御し、水素、酸素の流量を増加させて火炎6の大きさを大きくし、スート体7の外周面の表面温度を一定に保つようする。このようにすることによって、スートの堆積温度が一定となり平均嵩密度が $0.3 \sim 0.7 \text{ g/cm}^3$ で、半径方向の嵩密度変化が $\pm 0.5\%$ 以内であるスート体7が得られる。

【0008】上記方法で得られたスート体7を用いて、希土類添加石英を得るには、以下の工程による。まず、スートを外周面に堆積した出発母材1をスート体7から引き抜くと、中空のスート体7が得られ、このスート体7のガラス微粒子間には空隙が存在している。ついで、スート体7を塩化エルビウムなどの希土類塩化物アルコールに浸漬し、スート体7に存在しているガラス微粒子間の空隙に希土類元素溶液を含浸させたのち、これを希土類塩化物アルコールから取り出し、不活性ガスなど

3

の雰囲気中で加熱し、スート体7に残留しているアルコールを十分に取り除く。

【0009】そして、このアルコールが取り除かれたスート体7をVAD法で用いる焼結炉などに入れて、加熱し、ヘリウムなどの不活性雰囲気下でスート体7に吸着した水分の脱水を行なったのち、さらに、これをヘリウムなどの不活性雰囲気下で焼結し、透明ガラス化し、さらに中実化して希土類元素が半径方向に均一に添加された希土類添加石英ロッドが得られる。また、スート体7に吸着した水分の脱水の際に、焼結炉中に不活性ガスと

【0010】

【実施例】まず、直径12mmの石英製の棒を用意し、これを出発母材とした。また、バーナーに水素、酸素を供給して火炎を形成し、ここに四塩化珪素を供給して、石英微粒子のスートを生成させた。このバーナーを出発母材の軸方向にトラバースして、出発母材の外周面にスートを堆積させ、スート体の直径が40mmになるまで行なった。このときのバーナーに供給した四塩化珪素の流量は80cc/minと一定とし、バーナーのトラバース速度は20mm/minであった。また、スートを堆積するスート体の外周面の表面温度を一定に保つよう、スートの体の成長度合に応じて、バーナーを出発母材に対して鉛直方向に後退させた。また、バーナーのトラバースごとに、スート体の外周面の表面温度の低下を赤外線温度計で検知し、この温度信号に基づいて流量調節器を制御し、水素、酸素の流量を増加させて火炎の大きさを大きくした。この流量変化を図2に示した。ついで、出発母材をスート体から引き抜くと、中空のスート体を得られた。このスート体の半径方向の嵩密度を測定したところ、図3に示したように、嵩密度が半径方向に均一で約0.4g/cm³であった。

【0011】そして、このスート体を0.54重量%濃度の三塩化エルビウムアルコール溶液に5時間浸漬した

4

のち、この溶液から取り出し窒素雰囲気下で70℃で加熱してスート体に残留しているアルコールを取り除いた。これを通常VAD法で用いる焼結炉に入れ、塩素を0.3%混入したヘリウム雰囲気下で1000℃で3時間加熱し、スート体に吸着した水分の脱水を行なったのち、さらにヘリウム雰囲気下で1500℃で焼結し、ガラス化し、さらに中実化して、透明なエルビウム添加石英ロッドが得られた。エルビウム添加石英ロッドの半径方向のエルビウムの濃度分布を測定したところ、図4に示すように半径方向均一で約68ppm(wt)であった。

【0012】

【発明の効果】以上説明したように、この発明の希土類添加石英の製造方法は、OVD法により棒状の出発母材に堆積されるスート体の外周面の表面温度を一定にしつつ、スートを堆積させるものである。平均嵩密度が0.3~0.7g/cm³で、半径方向の嵩密度変化が±0.5%以内であるスート体を得ることができ、希土類元素を半径方向に均一に添加した石英ロッド等を得ることができる。また、このような希土類添加石英を光ファイバのコアに用いた場合、励起光パワー密度の最も高い光ファイバのコア中心部分に高い濃度で希土類イオンを添加できるため、この希土類添加石英を用いて光増幅器を構成した場合、励起効率の良い増幅器を得ることができる。そして、希土類元素のほか、溶液法によりアルミニウムも共添加した場合、アルミニウムを半径方向均一に添加することができる。このため、従来生じがちであった半径方向のアルミニウムの濃度分布の差異による半径方向の残留歪が少なく、光ファイバの表面にクラックが発生するのを抑制することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 図1はOVD法によってスート体を作製する装置の一例を示した概略構成図である。

【図2】 実施例において、バーナーに供給する水素、酸素の流量変化を示した図である。

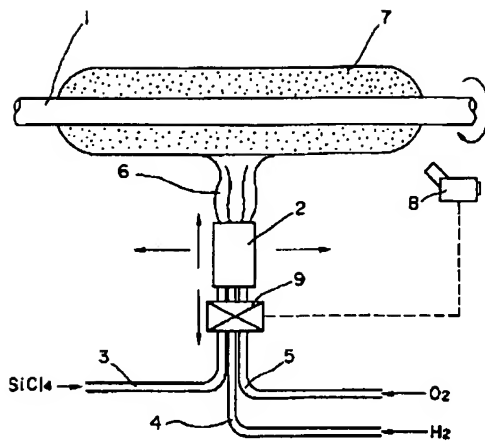
【図3】 実施例において得られたスート体の半径方向の嵩密度分布を示した図である。

【図4】 実施例において得られたエルビウム添加石英ロッドの半径方向のエルビウムの濃度分布を示した図である。

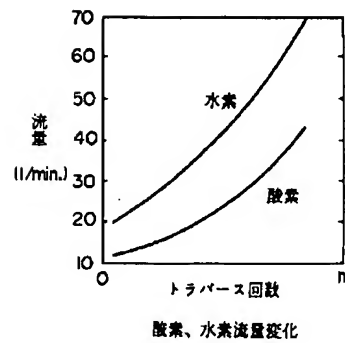
【符号の説明】

1...出発母材、7...スート体

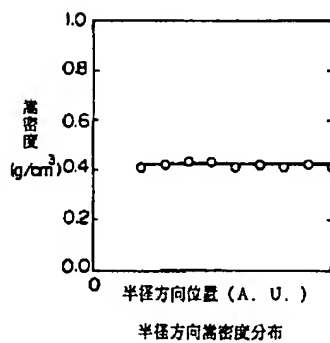
【図1】



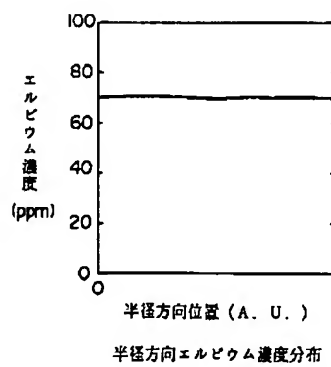
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 野澤 哲郎

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式
会社佐倉工場内